ASAM SITRAT TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan asam sitrat teknis.

2. DEFINISI

Asam sitrat teknis adalah bahan kimia dengan rumus molekul $C_6H_8O_7.H_2O$, berbentuk kristal tidak berwarna atau serbuk putih, tidak berbau, rasa sangat asam, higroskopis, mudah larut dalam air dan digunakan umumnya untuk industri.

3. SYARAT MUTU

Syarat mutu asam sitrat teknis dapat dilihat pada Tabel di bawah ini

Syarat Mutu Asam Sitrat Teknis

No.	Uraian	Persyaratan
1.	Kadar asam sitrat, %	min, 99,5
2.	Sisa pemijaran, %	maks, 0,05
3.	Logam berat, sebagai Pb, ppm	maks, 10
4.	Zat yang mudah mengarang	memenuhi syarat uji
5.	Kalsium	memenuhi syarat uji
6.	Asam iso sitrat	memenuhi syarat uji
7.	Oksalat	memenuhi syarat uji
8.	Sulfat	memenuhi syarat uji
9.	Hidrokarbon aromatik polisiklik	memenuhi syarat uji

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SNI 19-0428-1989, *Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan.*

5. CARA UJI

5.1 Kadar Asam Sitrat

5.1.1 Prinsip

Asam sitrat ditetapkan secara alkalimetri.

5.1.2 Peralatan

- Neraca analitik
- Erlenmeyer 300 ml
- Buret

5.1.3 Pereaksi

Natrium hidroksida 1 N
Indikator phenophtalein

5.1.4 Prosedur

Timbang teliti ± 3 g contoh ke dalam Erlenmeyer 300 ml, larutkan dengan 50 ml air.

Tambahkan indikator phenophtalein.

Kemudian titrasi dengan larutan NaOH 1N, hingga larutan berwarna merah muda.

5.1.5 Perhitungan

$$\text{Asam Sitrat} = \frac{(V)\ (N)\ (70.05)}{W} \times 100\%$$

dimana :

V = Volume larutan NaOH, ml
N = Normalitet larutan NaOH
W = Berat contoh, gram
70.05 = Kesetaraan asam sitrat monohidrat.

5.2 Sisa Pemijaran

5.2.1 Prinsip

Contoh dipijarkan (diabukan), sisa yang tertinggal dihitung sebagai sisa pemijaran.

5.2.2 Peralatan

- Neraca analitik
- Cawan porselen/platina
- Tanur listrik
- Eksikator.

5.2.3 Bahan

Asam sulfat pekat

5.2.4 Prosedur

- Timbang teliti 5 g contoh dalam cawan porselen/platina yang telah diketahui bobotnya.
- Abukan dalam tanur hingga semua contoh terabu pada suhu 500 - 550°C
- Dinginkan

- Teteskan 2 ml H_2SO_4 pekat, dan panaskan dengan perlahan hingga semua karbon dan sisa H_2SO_4 terbang
- Akhirnya panaskan pada suhu 800 ± 25°C minimum selama 15 menit
- Dinginkan dalam eksikator dan timbang sampai bobot tetap.

5.2.5 Perhitungan

$$\text{Sisa pemijaran} = \frac{\text{bobot abu (gram)}}{\text{bobot contoh (gram)}} \times 100\%$$

5.3 Logam Berat sebagai Timbal

5.3.1 Prinsip

Logam berat menghasilkan warna Coklat kehitaman dengan Na_2S

5.3.2 Peralatan

- Neraca analitik
- Penangas air
- Cawan penguap
- Tabung nessler 50 ml

5.3.3 Pereaksi

- Asam nitrat pekat
- Asam klorida 10%
- Asam klorida pekat
- Amonia pekat
- Asam asetat 30%
- Larutan indikator phenophtalein
- Larutan natrium sulfida

  Larutan 12 g Na_2S. 9 H_2O dalam 25 ml air, lalu tambahan gliserol hingga 100 ml
- Larutan standar Pb (1 T = 0,1 mg Pb)

  Larutkan 159,8 mg PB $(NO_3)_2$ dengan asam nitrat 2 N, masukkan ke dalam labu takar 1000 ml, tepatkan dengan asam yang sama hingga tanda batas
- Larutan baku timbal

  Dibuat dengan mengencerkan 10 ml larutan standar Pb dengan air hingga 100 ml.

5.3.4 Prosedur

5.3.4.1
- Pada sisa pemijaran, tambahan 1 ml asam klorida pekat, dan 0,2 ml HNO_3pekat.
- Uapkan di atas penangas air hingga kering
- Tambahkan 1 ml HCl 10% dan 15 ml air, larutkan dengan pemanasan
- Dinginkan, tambahkan 1 tetes phenophtalein dan amonia pekat tetes demi tetes hingga terjadi warna merah jambu lemah

- Tambahkan 2 ml asam asetat 30%, saring bila perlu
- Tambahkan air hingga 50 ml, dan 2 tetes natrium sulfida, lalu biarkan selama 5 menit
- Warna larutan tidak lebih tua dari warna larutan pembanding yang di-buat sebagai berikut :

  Campurkan 2 ml laruan baku timbal dengan 2 ml asam asetat 30% dan air hingga 50 ml, kemudian ditambahkan 2 tets natrium sulfida dan dibiarkan selama 5 menit.

5.3.4.2 – Contoh dibandingkan dengan larutan standar

- Penetapan boleh juga dengan alat AAS

5.4 Zat yang Mudah Mengarang

5.4.1 Prinsip

Membandingkan warna larutan yang terjadi dengan larutan pembanding.

5.4.2 Peralatan

- Cawan porselein
- Tabung nessler
- Eksikator

5.4.3 Pereaksi

- Asam sulfat pekat
- Larutan kobalt (II) klorida

  Larutan kobalt (II) klorida mengandung 5,95 g CO.Cl.6 H_2O dan 2,5 ml HCl pekat dalam 100 ml air
- Larutan besi (III) klorida

  Larutan besi (III) klorida mengandung 4,5 g FeCl.6 H_2O dan 2,5 ml HCl pekat dalam 100 ml air

5.4.4 Prosedur

- 500 mg contoh dipanaskan dengan 5 ml asam sulfat pekat pada suhu 90°C selama 1 (satu) jam
- Dinginkan segera ke eksikator
- Warna yang terjadi tidak lebih tua dari warna campuran 0,6 ml larutan kobalt (II) klorida dan 5,4 ml larutan besi (III) klorida.

5.5 Kalsium

5.5.1 Prinsip

Kalsium diendapkan dengan penambahan amonium oksalat.

5.5.2 Peralatan

- Tabung nessler
- Pipet takar

5.5.3 Pereaksi

- Amonia
- Amonia oksalat 3%

5.5.4 Prosedur

- Timbang teliti 1 g contoh dan larutan dalam 10 ml air
- Tambahan amonia hingga netral, dan tambahan 1 ml amonium oksalat 3%

  Tidak terbentuk kekeruhan

5.6 Asam Iso Sitrat

5.6.1 Prinsip

Larutan contoh dalam aseton, ditotolkan pada kertas kromatografi, hasil penotolan yang telah kering udara dilihat dengan pemberian biru brom fenol.

5.6.2 Peralatan

- Gelas piala 100 ml
- Labu ukur 10 ml
- Corong
- Tabung kromatografi

5.6.3 Pereaksi

- Aseton
- n-Butanol
- Asam fumarat
- Biru brom fenol

  Hangatkan 100 mg biru brom fenol dengan 3,2 ml natrium hidroksida 0,05 N dan 5 ml etanol (90%), setelah larut sempurna, tambahkan etanol 20% hingga 250 ml.

5.6.4 Prosedur

- Panaskan 0,5 g contoh pada suhu 105°C selama 3 jam
- Dinginkan, dan larutkan dalam 10 ml aseton
- Gunakan 0,005 ml larutan sebagai larutan percobaan
- Lakukan percobaan kromatografi kertas (cara I) menggunakan kertas saring untuk kromatografi
- Sebagai pelarut gunakan lapisan atas campuran n-butanol, asam fumarat dan air (8 : 3 : 2)
- Keluarkan kertas saring dari tabung, jika cairan sudah merambat setinggi 25 cm dari titik penotolan dan keringkan di udara
- Semprot dengan biru brom fenol, hanya terjadi satu ercak pada kertas kromatogram

5.7 Oksalat

5.7.1 Prinsip

Adanya oksalat diendapkan dengan penambahan kalsium klorida

5.7.2 Peralatan

- Tabung nessler
- Pipet takar

5.7.3 Pereaksi

Kalsium klorida 10,9%

5.7.4 Prosedur

- Larutkan 1 g zat dalam 10 ml air, tambahkan 2 ml kalsium klorida 10,9%, tidak terbentuk kekeruhan.

5.8 Sulfat

5.8.1 Prinsip

Contoh diendapkan dengan barium sulfat, dan kekeruhan yang terjadi dibandingkan dengan larutan baku standar.

5.8.2 Peralatan

- Tabung nessler
- Neraca analitik
- Pipet takar

5.8.3 Pereaksi

- Asam klorida 10%
- Alkohol 95%
- Larutan barium sulfat

  Campur 15 ml $BaCl_2$ 0,55 M, 55 ml air dan 20 ml alkohol 95% bebas sulfat

  Tambah 5 ml larutan kalium sulfat 0,018%

  Encerkan dengan air secukupnya hingga 100 ml
- Larutkan $BaCl_2$ 0,5 M

  Larutkan 122, 1 g $BaCl_2$ 2 H_20 dalam air secukupnya hingga 1000 ml

5.8.4 Prosedur

- Timbang teliti 0,5 f contoh, larutkan dalam 10 ml air dan masukkan ke dalam tabung nessler.
- Tambahkan 3 ml HCl 10%, encerkan dengan air secukupnya hingga mencapai 45 ml
- Tambahkan 5 ml pereaksi barium sulfat, aduk segera dengan batang kaca, dan biarkan selama 5 menit.
- Bandingkan kekeruhan yang terjadi dengan larutan baku standar pembanding yang dibuat sebagai berikut :

  Pipet 1,25 ml asam sulfat 0,01 N dan kerjakan sama seperti contoh di atas.
- Larutkan sesuai dengan tidak lebih dari kekeruhan baku.

5.9 Hidrokarbon Aromatik Polisiklik

5.9.1 Prinsip

Hasil sari contoh dengan n-heksana disuling.

Sisa sulingan diukur resapannya.

5.9.2 Peralatan

- Neraca analitik
- Sentrifus
- Gelas ukur 100 ml
- Spektrofotometer

5.9.3 Pereaksi

- n-heksana

5.9.4 Prosedur

- Larutkan 25 g zat dalam 30 ml air pada suhu ± 50°C
- Dinginkan, saring 3 kali, tiap kali dengan 20 ml n-heksana pusingkan selama lebih kurang 10 menit pada 25000 sampai 3000 putaran permenit.
- Kumpulkan lapisan n-heksana, suling sampai volume larutan tinggal 1 hingga 2 ml, dinginkan dan tambahkan n-heksana hingga 10 ml.
- Gunakan larutan ini sebagai larutan percobaan
- Ukuran resapan larutan pada panjang gelombang 260 nm sampai 50 nm
- Resapan tidak lebih dari 0,05
- Sebagai blangko, saring 30 ml air 3 kali, tiap kali dengan 20 ml n-heksana dan larutkan seperti di atas.

6. CARA PENGEMASAN

Dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, kedap udara, tidak bereaksi dengan isi, dengan mempertimbangkan keamanan dan keselamatan selama transportasi dan penyimpanan.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada setiap kemasan harus dicantumkan penandaan yang mudah dibaca dan berisikan sekurang-kurangnya nama produk, kadar, berat bersih, nama dan lambang perusahaan, cara penanganan.